

JP2002146261A

Publication Title:

HYDROPHOBIZED POWDER DISPERSION AND MANUFACTURING
METHOD OF EMULSIFIED COMPOSITION

Abstract:

Abstract of JP 2002146261

(A) Translate this text PROBLEM TO BE SOLVED: To prepare a dispersion of a hydrophobized powder capable of enhancing stability of the dispersion itself and of a composition into which it is incorporated. SOLUTION: The manufacturing method of the hydrophobized powder dispersion comprises mixing an organomodified clay mineral, a surfactant, a hydrophobic dispersing medium capable of dispersing and swelling the organomodified clay mineral in the presence of the surfactant, an un-hydrophobized powder and a powder-covering agent and applying a high shearing force to the powder to disperse it into a primary particle state or an almost primary particle state thereby to hydrophobize the surface of the powder. The manufacturing method of a cosmetic with a hydrophobized powder incorporated therein comprises mixing an ingredient for a cosmetic with the hydrophobized powder dispersion.

Courtesy of <http://v3.espacenet.com>

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-146261

(P2002-146261A)

(43) 公開日 平成14年5月22日 (2002.5.22)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

データベース* (参考)

C 0 9 D 17/00

C 0 9 D 17/00

4 C 0 8 3

A 6 1 K 7/00

A 6 1 K 7/00

B 4 G 0 6 5

E 4 J 0 3 7

N

7/035

7/035

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 12 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-349789(P2000-349789)

(71) 出願人 000001959

株式会社資生堂

東京都中央区銀座7丁目5番5号

(22) 出願日 平成12年11月16日 (2000.11.16)

(72) 発明者 八木 克彦

神奈川県横浜市中区早瀬2丁目2番1号

株式会社資生堂リサーチセンター (新横浜) 内

(73) 発明者 那須 昭夫

神奈川県横浜市中区早瀬2丁目2番1号

株式会社資生堂リサーチセンター (新横浜) 内

(74) 代理人 100092901

弁理士 岩橋 祐司

最終頁に続く

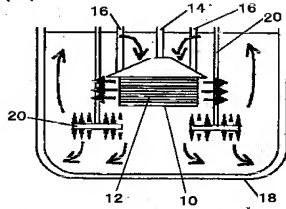
(54) 【発明の名称】 疎水化粉体分散体及び乳化組成物の製造方法

(57) 【要約】

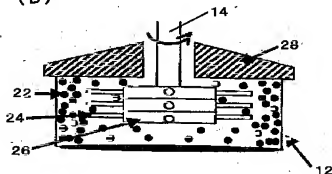
【課題】 本発明の目的は分散体自体、及びそれを配合した組成物の安定性を向上させ得る疎水化粉体分散体を提供することにある。

【解決手段】 有機変性粘土鉱物と、界面活性剤と、前記有機変性粘土鉱物を界面活性剤の存在下に分散・膨潤し得る疎水性分散媒と、未疎水化粉体と、粉体被覆剤とを混合し、前記粉体を一次粒子または一次粒子に近い状態まで分散させる高剪断力を付加し前記粉体表面を疎水化処理することと特徴とする疎水化粉体分散体、疎水化粉体配合化粧料の製造方法。

(A)



(B)



【特許請求の範囲】

【請求項1】 有機変性粘土鉱物と、界面活性剤と、前記有機変性粘土鉱物を界面活性剤の存在下に分散・膨潤し得る疎水性分散媒と、未疎水化粉末と、粉体被覆剤とを混合し、前記粉体を一次粒子または一次粒子に近い状態まで分散させる高剪断力を付加し前記粉体表面を疎水化処理することを特徴とする疎水化粉体分散体の製造方法。

【請求項2】 請求項1記載の方法において、有機変性粘土鉱物、界面活性剤及び疎水性分散媒とを混合して有機変性粘土鉱物分散物を形成し、前記有機変性粘土鉱物分散物に、未疎水化粉末と、粉体被覆剤とを添加して、高剪断力を付加し、前記粉体表面を疎水化処理することを特徴とする疎水化粉体分散体の製造方法。

【請求項3】 請求項1または2記載の方法において、高剪断力付加は媒体攪拌ミルまたは高压分散機で行われることを特徴とする疎水化粉体分散体の製造方法。

【請求項4】 請求項1～3のいずれかに記載の方法において、高剪断力を付加する際の有機変性粘土鉱物濃度は、0.1～5重量%であることを特徴とする疎水化粉体分散体の製造方法。

【請求項5】 請求項1～4のいずれかに記載の方法において、高剪断力を付加する際の未疎水化粉末濃度は、5～50重量%であることを特徴とする疎水化粉体分散体の製造方法。

【請求項6】 請求項1～5のいずれかに記載の方法において、未疎水化粉末は紫外線防壁粉体であることを特徴とする疎水化粉体分散体の製造方法。

【請求項7】 請求項1～6のいずれかに記載の方法において、粉体被覆剤はトリメチルシロキシケイ酸であることを特徴とする疎水化粉体分散体の製造方法。

【請求項8】 請求項1～7のいずれかに記載の方法により得られた疎水化粉体分散体に、化粧料用成分を添加して混合することを特徴とする疎水化粉体配合化粧料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は疎水化粉体分散体及び化粧料の製造方法、特に粉体疎水化処理機構の改良に関する。

【0002】

【従来の技術】 化粧料などの各種組成物に微粒子二酸化チタン、微粒子酸化亜鉛などの各種粉体が配合される。これらの粉体、特に無機性粉体は通常その表面が親水性であるため、そのまま油性基材中へ配合することは困難であり、凝集を生じることが多い。この結果、組成物の安定性に問題を生じるとともに、微粒子二酸化チタンに期待される紫外線散乱効果など、粉体が本来有している機能の発揮にも支障を生じる。

【0003】そこで、従来より粉体表面に疎水化処理を施し、親油性を高める手法、あるいは特定の分散剤とともに粉体をあらかじめ油性分散媒中に分散させた分散体が各種開発されてきた。例えば後者の例としては特開平9-208438に記載の微粒子二酸化チタンシリコン分散体等があり、これは微粒子二酸化チタンをシリコン中に分散剤とともに分散させるものである。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、前述したように粉体の表面をあらかじめ疎水化処理した場合などは、その粉体を化粧料などの組成物中に配合して混合する際に加えられる剪断力により表面処理部分が削り取られ、油性基材中での分散性が低下してしまう場合がある。また、従来の分散体は、分散媒であるシリコン中で経時的に粉体の沈降を生じる場合があり、製品の安定製造を図る上で好ましくない。

【0005】本発明は前記従来技術の課題に鑑みながらのものであり、その目的は分散体自体、及びそれを配合した組成物の安定性を向上させ得る疎水化粉体分散体、化粧料の製造方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】 前記目的を達成するために本発明者らが鋭意検討をおこなった結果、有機変性粘土鉱物と、未疎水化粉末と、その被覆剤とを含む系に対し高剪断力を付加することにより、きわめて安定性の高い疎水化粉体分散体が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0007】すなわち、本発明にかかる疎水化粉体分散体の製造方法は、有機変性粘土鉱物と、界面活性剤と、前記有機変性粘土鉱物を界面活性剤の存在下に分散・膨潤し得る疎水性分散媒と、未疎水化粉末と、粉体被覆剤とを混合し、前記粉体を一次粒子または一次粒子に近い状態まで分散させる高剪断力を付加し前記粉体表面を疎水化処理することを特徴とする。

【0008】また、本発明において、有機変性粘土鉱物、界面活性剤及び疎水性分散媒とを混合して有機変性粘土鉱物分散物を形成し、前記有機変性粘土鉱物分散物に、未疎水化粉末と、粉体被覆剤とを添加して、高剪断力を付加し、前記粉体表面を疎水化処理することが好適である。また、本発明において、高剪断力付加は媒体攪拌ミルまたは高压分散機で行われることが好適である。

【0009】また、本発明において、高剪断力を付加する際の有機変性粘土鉱物濃度は、0.1～5重量%であることが好適である。また、本発明において、高剪断力を付加する際の未疎水化粉末濃度は、5～50重量%であることが好適である。また、本発明において、未疎水化粉体は紫外線防壁粉体であることが好適である。

【0010】また、本発明において、粉体被覆剤はトリメチルシロキシケイ酸であることが好適である。また、本発明にかかる疎水化粉体配合化粧料の製造方法は、前

記疎水化粉体分散体に、化粧料用成分を添加して混合することを特徴とする。

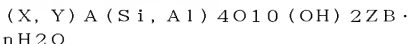
【0011】

【発明の実施の形態】以下、本発明の好適な実施形態について説明する。

有機変性粘土鉱物

本発明において用いられる有機変性粘土鉱物は、疎水性媒体中で分散・膨潤するものを広く含むが、特に水膨潤性粘土鉱物を第4級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤と非イオン性界面活性剤とで処理して得られるものが好適である。

【0012】ここで用いられる水膨潤性粘土鉱物としては、三層構造を有するコロイド性含水ケイ酸アルミニウム(Ⅲ)の一種で、一般に下記一般式



(但し、X=Al, Fe III, Mn III, Cr III, I

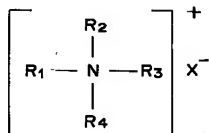
Y=Mg, Fe II, Ni, Zn, Li

Z=K, Na, Ca

また、Aは2〜3、Bは1/3を表す。)で表され、具体的にはモンモリロナイト、サボナイトおよびヘクトライトなどの天然または合成(この場合、式中の(OH)基がフッ素で置換されたもの)のモンモリロナイト群(市販品ではビーガム、クニピア、ラボナイトなどがある)およびナトリウムシリシクマイカナトリウムまたはリチウムテオライトの名称で知られる合成雲母(市販品ではダイモナイト; トビー工業(株)等がある)などである。

【0013】また、第4級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤としては下記一般式

【化1】



(式中、R1は炭素数10〜22のアルキル基またはベンジル基、R2はメチル基または炭素数10〜22のアルキル基、R3とR4は炭素数1〜3のアルキル基またはヒドロキシアルキル基、Xはハロゲン原子またはメチルサルフェート残基を表す。)で表されるものが用いられる。

【0014】例えば、ドデシルトリメチルアンモニウムクロリド、ミリスチルトリメチルアンモニウムクロリド、セチルトリメチルアンモニウムクロリド、ステアリルトリメチルアンモニウムクロリド、アラキルトリメチルアンモニウムクロリド、ベヘニルトリメチルアンモニウムクロリド、ミリスチルジメチルエチルアンモニウムクロリド、セチルジメチルエチルアンモニウムクロリド、ステアリルジメチルエチルアンモニウムクロリド、アラキルジメチルエチルアンモニウムクロリド、ベヘニルジメチルエチルアンモニウムクロリド、ベンジルジメチルセチルアンモニウムクロリド、ベンジルジメチルステアリルアンモニウムクロリド、ベンジルメチルエチルセチルアンモニウムクロリド、ベンジルメチルエチルステアリルアンモニウムクロリド、ジベヘニルジヒドロキシエチルアンモニウムクロリド、および相当するプロミド等、さらにジバレルメチルプロピルエチルアンモニウムメチルサルフェートなどが挙げられる。

本発明においては、これらの内一種または二種以上が任意に選択される。

【0015】本発明の有機変性粘土鉱物で用いられる非イオン界面活性剤は、HLB値が2〜16の範囲に存在し、3〜12のものもさらに好適である。ここでいうHLB値は、下記の川上式により算出される。 $HLB = 7 + 11.7 \cdot \log(M_w/M_o)$ (ここで、 M_w は親水性基部の分子量、 M_o は親油基部の分子量をそれぞれ表す。)

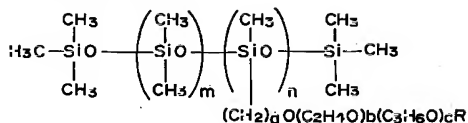
【0016】例示すれば、ポリオキシエチレン2〜30モル付加(以下POE(2〜30)と略す)オレイルエーテル、POE(2〜35)ステアリルエーテル、POE(2〜20)ラウリルエーテル、POE(1〜20)アルキルフェニルエーテル、POE(6〜18)ベヘニルエーテル、POE(5〜25)2-デシルペンタデシルエーテル、POE(3〜20)2-デシルテトラデシルエーテル、POE(3〜20)2-デシルテトラデシルエーテル、POE(8〜16)2-オクタデシルエーテル等のエーテル型活性剤、およびPOE(4〜60)硬化ヒマシ油、POE(3〜14)脂肪酸モノエステル、POE(6〜30)脂肪酸ジエステル、POE(5〜20)ソルビタン脂肪酸エステル等のエステル型活性剤、更にPOE(2〜30)グルセリルモノイソステアレート、POE(10〜60)グルセリルトリイソステアレート、POE(7〜50)硬化ヒマシ油モノイソステアレート、POE(12〜60)硬化ヒマシ油トリイソステアレート等のエーテルエステル型活性剤等のエチレンオキシド付加型界面活性剤、及びデカグリセリルテトラオレート、ヘキサグリセリルトリイソステアレート、テトラグリセリルジイソステアレート、ジグリセリルジイソステアレート等のポリグリセリン脂肪酸エステル、グリセリルモノイソステアレート、グリセリルモノ

ノオレート等のグリセリン脂肪酸エステル、等の多価アルコール脂肪酸エステル界面活性剤、ノニオン変性シリコーン活性剤、例えば下記式で示されるジメチルポリシロキサンポリオキシアルキレン共重合体等の変性シリ

コーンなどが挙げられる。

【0017】

【化2】



(式中、aは1～5、bは7～15、cは0～4、
mは20～100、nは1～5の各整数であり、
Rは水素原子又は炭素数1～5のアルキル基である。)

【0018】これらの中で特に、デカグリセリルトetraオレート、ヘキサグリセリルトリイソステアレート、テトラグリセリルジイソステアレート等のトリグリセリン以上のポリグリセリン脂肪酸エステル、POE (2～12) オレイルエーテル、POE (3～12) ステアリルエーテル、POE (2～10) ラウリルエーテル、POE (2～10) ノニルフェニルエーテル、POE (6～15) ベヘニルエーテル、POE (5～20) 2-デシルペンタデシルエーテル、POE (5～17) 2-デシルテトラデシルエーテル、POE (8～16) 2-オクタデシルエーテル等のPOE付加エーテル型活性剤、及びPOE (10～20) 硬化ヒマシ油、POE (5～14) オレイン酸モノエステル、POE (6～20) オレイン酸ジエステル、POE (5～10) ソルビタンオレイン酸エステル等のPOE付加エステル型活性剤、POE (3～15) グリセリルモノイソステアレート、POE (10～40) グリセリルトリイソステアレート等のPOE付加エーテルエステル型活性剤等のエチレンオキシド付加型の非イオン性界面活性剤が好適に用いられる。

【0019】本発明において、これら非イオン性界面活性剤の中から一種または二種以上が任意に選択されて用いることができる。本発明に用いる有機変性粘土鉱物の処理方法としては、例えば、水、アセトン、あるいは低級アルコール等の低沸点溶剤中で水膨潤性粘土鉱物と第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤とを分散攪拌処理するか、またはあらかじめ水膨潤性粘土鉱物と第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤とを低沸点溶剤中で処理してカチオン変性粘土鉱物を得てから非イオン性界面活性剤で処理し、次いで低沸点溶剤を除去することによって得られる。

【0020】以上のように調整された有機変性粘土鉱物について説明する。粘土鉱物のうち、例えばスメクタイト族に属し、水膨潤性を示すNa型モンモリロナイトは、第四級アンモニウム塩型有機カチオンとのカチオン交換反応で、疎水性の有機変性モンモリロナイトとなる。さらに、非イオン界面活性剤を包接して、包接化合

物(複合体)を生成し、油中で膨潤し、粘潤油性ゲルを生成する。非イオン界面活性剤は、カチオン交換反応に關与しないモンモリロナイト層間(シリケート層)の極性サイトに包接されるものと考えられ、油性ゲルの生成はこの層間へ、さらに油が侵入して膨潤、ゲル化するものと考えられる(油化学第4巻 第6号491-496 1991)。

【0021】得られた有機変性粘土鉱物の構造は、第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤と非イオン界面活性剤とが層間に入り込むことにより水膨潤性粘土鉱物の層間隔は広がった状態になっている。従って、X線回折で層間隔を測定することにより第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤と非イオン界面活性剤の吸着の有無を確認できる。

【0022】また、得られた有機変性粘土鉱物をクロロホルム、エーテルなどを用いてソックスレー抽出すれば層間の界面活性剤は洗い流されてくるので、該抽出液をガスクロマトグラフィー分析、熱分解温度測定あるいは熱分解量測定(DTA-TG測定)等にかけて界面活性剤の存在を確認することができる。本発明に用いる有機変性粘土鉱物中の第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤の含有量は特に限定されないが、水膨潤性粘土鉱物100gに対して60～140ミリ等量(以下meqと略す)であることが望ましい。また有機変性粘土鉱物中の非イオン界面活性剤の含有量は、水膨潤粘土鉱物100gに対して5～100gが好ましく、更に好ましくは15～50gである。

【0023】有機変性粘土鉱物の使用量としては、分散体中0.1～5%が好ましく、さらに好ましくは0.5～3%である。0.1%よりも少ない場合、有機変性粘土鉱物の添加効果が得られず、安定な分散体は得られない場合がある。また、5%を越えると調製される分散体の粘度が高く、高剪断力付加に過大な負荷がかかる、また化粧料などの組成物に配合した際に伸びが悪くざらつく、透明感がないなど、実使用上の問題が生じる。

【0024】疎水性分散媒。

本発明においては、前述したようにして得られる有機変

性粘土鉱物を疎水性分散媒に配合することにより、分散・膨潤させることが必要である。このような疎水性分散媒を例示すれば、流動パラフィン、スクワラン、イソパラフィン、分岐鎖状軽パラフィン等の炭化水素油、イソプロピルミリスレート、セチルイソオクタノエート、グリセリトリオクタノエート等のエステル油、デカメチルペンタシロキサン、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン等のシリコーン油等があげられる。

【0025】本発明においては、シリコーン系油分が好適に用いられるが、特に使用感や製剤上の観点から常圧における沸点が200℃以下のものが好適である。例えば、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン等の鎖状ポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、テトラメチルテトラヒドロジェンシクロテトラシロキサン等の環状ポリシロキサン等が挙げられる。この中で、低重合度ジメチルポリシロキサン（重合度3〜7）等の揮発性鎖状ポリシロキサンや、デカメチルシクロペンタシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン等の環状揮発性ポリシロキサン等の揮発性シリコーン油を用いた場合には、通常のシリコーン油の比較して皮膚に塗布した際にオイル感が残りにくく、さっぱりとした使用感が求められる場合には特に好適である。

【0026】本発明の分散体において、疎水性分散媒の配合量は適宜選択することができるが、好ましくは分散体全量に対して40〜95重量%、特に好ましくは50〜80重量%である。分散媒の配合量が少ない場合には、高剪断力を付加する際に過大な負荷がかかる場合があり、また分散媒が多い場合には相対的に粉体の割合が低くなり、疎水化粉体分散体としての意味が低くなる。

【0027】界面活性剤
本発明において好適に用いられる界面活性剤は、有機変性粘土鉱物を分散媒に対して良好に分散させることのできるものであれば、特に限定されるものではない。例えばソルビタンセスキオステアレート、ソルビタンジオステアレート、ソルビタンセスキオレート、ソルビタンジオレート、グリセリルジオレート、グリセリルジオステアレート、ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンなどが挙げられる。分散媒としてシリコーン系分散媒を用いる場合にはポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体などのシリコーン系界面活性剤を用いることが好ましい。

【0028】本発明にかかる界面活性剤は、分散体中0.1〜5重量%程度が好ましく、これより少ないと有機変性粘土鉱物の分散・膨潤が不十分になる可能性があり、またこれより多くても添加効果の向上は認められない場合が多い。

【0029】未疎水化粉体

本発明における未疎水化粉体は、化粧品製造に用いられる、粉体表面が親水性の粉体を広く意味する。本発明における上記粉末成分としては、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、群青、酸化セリウム、タルク、マイカ、セリサイト、カオリン、シリカ、ステアリン酸亜鉛、含フッ素金雲母、合成タルク、硫酸バリウム、炭酸マグネシウム、チタ化ホウ素、チタン酸塩などの無機粉末、酸化チタン、酸化亜鉛などの無機白色顔料、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、カーボンブラック、チタンブラック、マンガナビオレット、コバルトナビオレット、群青、紺青などの無機有色顔料、酸化チタンコーテッドマイカ、酸化チタンコーテッドタルク、着色酸化チタンコーテッドマイカ、オキシ塩化ビスマス、魚鱗箔などのパール顔料、アルミナなどの金属粉末顔料が挙げられる。

【0030】また、本発明において、アルミニウム、ケイ素、チタン、ジルコニウム、マグネシウムあるいは亜鉛などの酸化物または含水酸化物で被覆された有機、無機の粉体を用いることも可能である。また、他元素をドーピングしたものや、2種以上の金属の複合酸化物等も用い得る。さらに、粉体として、テトラエトキシランを酸化亜鉛に対して10〜30重量%被覆し、1〜3nmのシリカ層を形成した酸化亜鉛粉体を用いることも好適である。

【0031】本発明の分散体が紫外線防御効果に優れた微粒子粉末に特に有効であることを考慮すると、平均粒子径が0.001〜0.5μmの微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化鉄赤、微粒子酸化鉄黄、微粒子酸化鉄黒、微粒子コバルトブルー等が挙げられる。微粒子粉末は通常の粉末より紫外線防御効果、透明感等に優れていることが知られている。

【0032】これらの1種以上を分散体中に5〜50重量%、特に好ましくは10〜35重量%を含有せしめることが好適である。5重量%以下では微粒子粉末の効果が発揮できないことがあり、50重量%以上では高剪断力付加に過大な負荷がかかる場合がある。

【0033】粉体被覆剤

本発明において好適に用いられる粉体被覆剤は、特に限定されるものではないが、前記非水溶媒に分散可能なものであり、特にシリコーン系化合物であるジメチルポリシロキサン・メチル（ポリオキシアルキレン）シロキサン重合体、トリメチルシロキシケイ酸、カルボキシ変性シリコーンオイル、アミノ変性シリコーンオイルなどが上げられる。これらのシリコーン系粉体被覆剤は、粉体の1〜40重量%、好ましくは5〜30重量%配合することが好適である。

【0034】高剪断力処理

本発明においては、前記必須成分中で粉体が一次粒子な

いしそれに近い状態にまで分散させるように高剪断力処理をおこなう必要があり、この高剪断力処理をおこなうためには高圧分散機あるいはパッチ式、連続式機型、縦形、アンユラー型等の媒体ミル等を用いることが好適である。本発明の製造方法において特に好適に用いられる分散装置であるパッチ式の媒体ミルは、その一態様を示す図1(A)となる。

【0035】図1(A)に示されるように、本発明の製造方法に用いられるパッチ式の媒体ミルは、タンク18内にバスケット部10と、これに併設された予備混合用と分散液流動用とを兼ね備えた1つ以上のタンク内攪拌装置20を備えたものである。上記バスケット部10は上蓋のジャケット28を備えておりロッド16により位置を固定されている。そしてバスケット部10の側壁にはスリットからなる小孔が多数設けられている。また、バスケット部10にはバスケット部10の内部を攪拌するためのバスケット内攪拌装置14が存在する。

【0036】まず、本発明の分散体原料である有機変性粘土鉱物、界面活性剤、疎水性分散媒は付設したタンク内攪拌装置20にて予備混合され混合液となされた後、装置に取り付けられたバスケット部10の上部にあるバスケット内攪拌装置14の回転軸周囲の開口からバスケット部10内に入流する。

【0037】ここで、バスケット部10の内部を図1(B)に示す。このバスケット部10の内部には固形分散媒体(ビーズ)22が充填されており、バスケット内攪拌装置14には回転軸と垂直に取り付けられた攪拌ピンディスク26(または攪拌ディスクでもよい)が存在する。この攪拌ピンディスク26には攪拌のためのピン24が存在する。

【0038】バスケット部10内に入流した混合液は高速回転する攪拌ピンディスク26により、粉末成分中の種々の粉末凝集粒子を固形分散媒体(ビーズ)22が砕いて粉砕・分散し、さらにバスケット部10の側壁に設けられた多数のスリットからなる小孔12から流出する。図1(A)の矢印は全体的な流体の経路を示している。

【0039】流出した分散液は前記タンク内攪拌装置20により分散流動し、再び一部がバスケット部10上方の開口部分よりバスケット部10内部に入流しタンク18内を循環する。なお、タンク内攪拌装置20の攪拌部分にはバスケット部10を出入りする流体経路を妨げない位置にあることが重要である。パッチ式の媒体ミルとは、このようにしてタンク18内での粉末の分散が均一になるように保たれる工程を有する装置である。このような本発明の疎水化粉分散体の製造方法に好適な分散装置としては、特公平8-17930の分散装置が挙げられる。

【0040】上記パッチ式の媒体ミルに設置されている固形分散媒体(ビーズ)が充填されたバスケット部は、

その側壁にスリットからなる小孔を多数有しており、その大きさは使用する固形分散媒体(ビーズ)がバスケット部の外側に流出しない大きさにするので、得られる分散体には固形分散媒体が含まれることはない。

【0041】また、上記のように、本発明に好適に用いられるパッチ式媒体ミルは、固形分散媒体が充填されているバスケット部の側壁に小孔が設けられているため、軸の回転により遠心力で固形分散媒体が側壁部に集中することにより固形分散媒体の密度が高いところを微粒子粉体を含む粉体が通過するため、分散効率を高くすることができる。

【0042】本発明における固形分散媒体としては、ガラス、アルミナ、チタニア、ジルコン、ジルコニア、スチール、フリント石等を原材料としたビーズが使用可能であるが、特にジルコニア製のものが好ましい。また、ビーズの大きさとしては、通常、直径0.3〜2mm程度のものを使用するが、本発明では1mm前後のものが好ましい。

【0043】また、本発明における予備混合用と分散液流動用とを兼ね備えた攪拌装置としては、通常の化粧品製造等に好適な攪拌装置を用いることができるが、回転する棒の先にタービン型の回転翼を取り付けたディスペーまたはホモジナイザーを用いることが特に好適である。

【0044】また、本発明の製造方法において好適に用いられる予備攪拌槽付属の連続式媒体攪拌ミルの一例を図2に示す。図2示される連続式の媒体攪拌ミル装置は、モーター36の回転により攪拌が可能なビーズ40の入った媒体ミル部30と、モーター38の回転によりディスペー42により攪拌が可能な予備攪拌槽32をポンプ34を介して配管により連結され粉体を含む液体が循環できる装置である。まず、粉体を含む原料は予備攪拌装置32にてディスペー42により予備混合され混合液となされた後、ポンプ34により配管により連結された媒体攪拌ミル30内に入流する。

【0045】媒体ミル部30内に入流した混合液は高速回転する攪拌回転子により、粉体成分中の種々の粉体凝集粒子を固形分散媒体(ビーズ)40が砕いて粉砕・分散した後、ポンプ34により再び予備攪拌槽32へと送られる。連続式の媒体攪拌ミルとは、このようにして粉体の分散を均一にする工程を有する装置である。予備攪拌槽における攪拌時間、媒体攪拌ミルにおける攪拌時間及び本装置のPass数は、適宜必要に応じて決めることができる。

【0046】また、本発明に好適に用いられる予備攪拌槽の攪拌装置としては、通常の化粧品製造等に好適な攪拌装置を用いることができるが、回転する棒の先にタービン型の回転翼を取り付けたディスペーまたはホモジナイザーを用いることが特に好適である。ディスペー羽根とかき取り羽根の付いた2軸タイプのディスペーも好適に用いることができる。

【0047】次に本発明の疎水化粉体分散体と乳化化粧料の製造方法について、より具体的に例を示して説明する。タンク内に攪拌装置を有したバッチ式媒体攪拌ミルを用いた場合、タンク内攪拌装置を有したバッチ式の媒体ミルを用い、シリコン油などの分散媒と有機変性粘土鉱物、界面活性剤とをタンク内攪拌装置にて混合した後、媒体ミル部であるバスケット部により短時間例えば3～10分間程度分散混合し、その後に酸化チタンなどの未疎水化粉体とトリメチルシロキシケイ酸などの粉体被覆剤を添加し、さらに長時間例えば10分間～10時間程度、高剪断力で分散混合処理する。この間に、前記二酸化チタンはトリメチルシロキシケイ酸により被覆され、疎水化二酸化チタンとなる。その結果、1つのタンク内において、短時間、低コストで疎水化粉体分散体の製造が可能となる。また製造後の洗浄も従来の製造に比べ、大幅に簡単になる。しかもこの媒体ミル中の疎水化粉体分散体にそのまま他の油分、粉体などを加え、所定の金型などに充填成型することにより油性粉末化粧料を得ることができる。疎水化粉体を含むため、油性ファンデーション等の油性粉末化粧料は、なめらかでさらっとした質感で透明感のある仕上がり、さらには高い紫外線防御効果を示すものとすることができる。

【0048】また予備攪拌装置が付属した連続式媒体攪拌ミルを用いた場合、シリコン油などの分散媒などを予備攪拌装置内にて攪拌混合し、その後酸化チタンなどの未疎水化粉体とトリメチルシロキシケイ酸などの粉体被覆剤を予備攪拌槽に添加し、短時間例えば3～10分間程度攪拌混合後、媒体ミル部により長時間例えば10分間～10時間程度、あるいはPass回数3～10回程度、あるいはPass回数3～10分間程度高せん断力・高衝撃力により分散混合処理する。この間に前記酸化チタンなどの未疎水化粉体は、トリメチルシロキシケイ酸により被覆され、疎水化酸化チタンとなる。なお、疎水化粉体分散体は、未疎水化粉体、粉体被覆剤を有機変性粘土鉱物などとともに当初から分散媒中に添加することによっても得られる。

【0049】また、乳化化粧料の製造方法の例を示すと、タンク内攪拌装置を有したバッチ式媒体ミルを用い、油中水型乳化化粧料の場合、上記疎水化粉体分散体を前記同様に調製し、その後水性成分を添加し混合攪拌部によって槽内の分散液を混合しつつ、媒体ミルを用いて乳化を行なうことにより油中水型乳化化粧料を得ることができる。また、上記分散体を調製した後、水性成分を加え、タンク内攪拌装置にて混合・転相した後、媒体ミル部であるバスケット部により分散混合し、その後油性成分を添加し混合攪拌部によって槽内の分散液を混合

しつつ、媒体ミルを用いて乳化を行なうことにより水中心油型乳化化粧料を得ることができる。本製造方法によれば、1つのタンク内において、短時間、容易な操作性、低コストで疎水化粉体配合の乳化化粧料の製造が可能となる。しかも、本発明により得られた疎水化粉体を含む乳化化粧料は、分散性に優れているため高い紫外線防御効果を示し、媒体ミルにより乳化しているため滑らかでクリーミーな質感を示すものとすることができる。

【0050】その他の成分

なお、本発明において、化粧料を調製する場合には、前記疎水化粉体分散体に対してさらに油性成分を加えることができる。このような油性成分としては、化粧品製造に用いられる油性成分であれば特に限定されるものではなく、例えばセチルイソオクタノエート、グリセリトリヘキサノエート、イソプロピルミリステート等のエステル油、ワセリン、流動パラフィン、スクワラン等の炭化水素系油分、ヒマシ油、オリーブ油、椿油、ホホバ油、ラノリン等の天然動植物油などを組合わせて用いる。

【0051】本発明において固型の油性粉末化粧料を製造する際には固形剤としてはワックス成分を配合せしめることが好適である。固形剤のワックス成分としては、マイクロクリスタリンワックス、カルナバウ、キャンデリラウ、ポリエチレンワックス、セレンシワックスなどを組合わせて用いることができる。ワックス成分は合計3～25重量%含有せしめることが好適である。

【0052】本発明における水性成分としては、グリセリンなどの多価アルコール、エチルアルコールなどの水溶性物質、水等が挙げられる。本発明における化粧料には、更に、界面活性剤、分散剤、安定化剤、着色剤、防腐剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、保湿剤、香料等も本発明の目的を達する範囲内で適宜配合することができる。

【0053】本発明の製造方法は例えば、アイライナーペンシル、アイブロウペンシル、油性ファンデーション、油性スティックファンデーション、油性アイカラーなどの油性粉末化粧料、乳化サンスクリーン、乳化ファンデーションなどの乳化化粧料の製造に適用される。また、本発明にかかる分散体を配合した組成物は、前記高分散された紫外線防御性粉体による優れた紫外線遮蔽効果に加え、使用感、耐水性、耐油性が良好で、乳化安定性や薬剤安定性にも優れるという利点を有する。

【0054】次に、本発明の試験例について説明する。まず、本発明者らは各種製造方法により疎水化粉体分散体を調製し、その評価を行った。結果を表1に示す。

【表1】

分散体	試験例	1	2	3	4	5
揮発性シリコン	61	61	60	60	60	60
メチルポリシロキサン	5	5	5	5	5	5

共重合体	1	1	1	1	1
有機変性ベントナイト	0	0	1	1	1
微粒子酸化亜鉛	25	25	25	25	25
トリメチルシロキシ珪酸	8	8	8	8	8
製造方法	A	B	A	B	C
分離 製造直後（室温）	○	○	○	○	○
4週間後（室温）	△	△	○	○	×
粘度 製造直後（室温）	480	520	650	710	155
4週間後（室温）	300	280	410	380	60

なお、分離に関しては、以下の基準に従った。

○：粉末の沈降がほとんど認められない

△：粉末の沈降は認められるが、容易に再分散が可能

×

【0055】製造方法A：全成分を混合し、55分間媒体ミルにより分散させる。

製造方法B：揮発性シリコン、メチルポリシロキサン、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、有機変性ベントナイトをプレミックス（媒体ミル5分間）し、これに対して粒子酸化亜鉛、トリメチルシロキシケイ酸を添加、媒体ミルにより50分間分散させる。

製造方法C：揮発性シリコン、メチルポリシロキサン、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、有機変性ベントナイトをプレミックス（ディスパー5分間）し、これに対して微粒子酸化亜鉛、トリメチルシロキシケイ酸を添加、通常化粧品製造に用いられるディスパーにより50分間分散させる。

【0056】前記表1より明らかなように、有機変性粘土鉱物を用いない場合（試験例1，2）には、いずれの方法によっても微粒子酸化亜鉛はほとんど疎水化されておらず、経時により分離、粘度の低下を生じた。また、剪断力の低い通常のディスパーを分散処理に用いた場合（試験例5）にも、有機変性粘土鉱物の添加にもかかわらず、安定性は低いものであった。これに対し、有機変性粘土鉱物を用いた系で微粒子酸化亜鉛、トリメチルシロキシケイ酸を添加し高剪断力を媒体ミルにより与えた場合（試験例3，4）には、優れた安定性を示し、特にあらかじめ有機変性粘土鉱物によるゲルを形成し、これに微粒子酸化亜鉛、トリメチルシロキシケイ酸を添加した場合（試験例4）には、極めて高い安定性を示した。

【0057】次に本発明者らは試験例1～5の分散体を用いて油中水型乳化組成物の調製とその評価をおこなった。結果を次の表2に示す。

【表2】

	試験例 6	7	8	9	10
分散体 試験例 1	60				
2		60			
3			60		
4				60	
5					60
ナイロン粉末	5	5	5	5	5
	7	7	7	7	7
共重合体	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
イソステアリン酸	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
保湿剤	5	5	5	5	5
イオン交換水	残部	残部	残部	残部	残部
粘度 製造直後（室温）	675	810	1040	1160	310
4週間後（室温）	540	660	930	1070	205
滑らかさ	○	○	○	○	×
粉っぽさ	○	○	○	○	×
均一な仕上がり	△	△	○	○	×
塗布時の白さ	△	△	○	○	×
SPF	41	43	49	51	30

【0058】官能評価により滑らかさ、粉っぽさ、均一な仕上がり、透明感を評価し、さらにSPFの測定をお

こなった。評価基準は以下の通りである。
評価基準

20名の女性パネラーに試料を塗布し、滑らかさ、粉っぽさ、均一な仕上り、透明感について評価した。

(評価)

- 17名以上が良いと回答 ◎
 12名～16名が良いと回答 ○
 9名～11名が良いと回答 △
 5名～8名が良いと回答 ×
 4名以下が良いと回答 ××

【0059】調製は、各分散体に対しナイロン粉末、オクチルメトキシシラン、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、イソステアリン酸を添加し、ディスパーで2分間、攪拌・混合し、さらに保湿剤、イオン交換水を添加してさらにディスパーで2分間攪拌・混合した。これらの油中水型サンスクリーン剤について、官能評価により滑らかさ、粉っぽさ、均一な仕上がり、塗布時の白さを評価し、さらにSPFの測定をおこなった。

【0060】前記表2より明らかなように、微粒子酸化

分散体	試験例	11	12	13	14	15	16	17	18
揮発性シリコーン		61.0	60.9	60.5	60.0	59.5	58.0	56.0	54.0
メチルポリシロキサン		5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
共重合体		1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
有機変性ペントナイト		0	0.1	0.5	1.0	1.5	3.0	5.0	7.0
微粒子酸化亜鉛		25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0
トリメチルシロキシ珪酸		8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0
媒体ミルによる製造		△	○	○	○	○	○	△	×

製造適性に関しては、次の基準により評価した。

○：媒体攪拌ミルでの粉末の分散が十分に可能
 △：粘度の上昇または粉末の凝集により媒体攪拌ミルでの粉末の分散がやや悪い

×：粘度の上昇により媒体攪拌ミルでの分散が不可能

【0063】前記表3より明らかなように、有機変性粘土鉱物は0.1％程度の添加から効果が観察されるが、

分散体	試験例	19	20	21	22	23	24	25	26	27
揮発性シリコーン		86.4	79.8	73.2	66.6	60.0	53.4	40.2	27.0	13.4
メチルポリシロキサン		5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
共重合体		1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
有機変性ペントナイト		1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
微粒子酸化亜鉛		5.0	10.0	15.0	20.0	25.0	30.0	40.0	50.0	60.0
トリメチルシロキシ珪酸		1.6	3.2	4.8	6.4	8.0	9.6	12.8	16.0	19.6
媒体ミルによる製造		○	○	○	○	○	○	○	△	×
製造直後		45	50	210	445	710	990	4350	12600	65100
4週間後		25	25	95	280	380	475	3860	10800	61400

【0065】上記表4より明らかなように、粉体の添加量が0％になると、調製時の粘度が上がりすぎ、媒体ミルにかかる付加も著しく高くなるため、好ましくな

い。一方、粉体の添加量が少ない場合には、安定性などに影響はほとんどないが、他の組成物に疎水化粉体を効率的に供給することを考慮すると、5～50重量％程度

【0061】以上の表1及び2の結果より、本発明にかかる分散体は、単に微粒子酸化亜鉛の分散性が向上しているのみではなく、微粒子酸化亜鉛表面が被覆剤により疎水化被覆されていることを示しており、また微粒子酸化亜鉛をトリメチルシロキシ珪酸により疎水化被覆するには、有機変性粘土鉱物の存在と媒体ミル等の高剪断力の付加が必要であることが理解できる。

【0062】次に本発明者らは分散体を製造する際の有機変性粘土鉱物の添加量について検討をおこなった。表3に結果を示す。

【表3】

分散体	試験例	11	12	13	14	15	16	17	18
揮発性シリコーン		61.0	60.9	60.5	60.0	59.5	58.0	56.0	54.0
メチルポリシロキサン		5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
共重合体		1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
有機変性ペントナイト		0	0.1	0.5	1.0	1.5	3.0	5.0	7.0
微粒子酸化亜鉛		25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0
トリメチルシロキシ珪酸		8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0
媒体ミルによる製造		△	○	○	○	○	○	△	×

7％になるとむしろ粘度が高くなりすぎるため好ましくない。従って、有機変性粘土鉱物の添加量は媒体ミルにかける際に0.1重量％～5重量％、特に好ましくは0.5～3.0重量％である。

【0064】次に本発明者らは粉体の添加量について検討をおこなった。結果を次の表4に示す。

【表4】

分散体	試験例	19	20	21	22	23	24	25	26	27
揮発性シリコーン		86.4	79.8	73.2	66.6	60.0	53.4	40.2	27.0	13.4
メチルポリシロキサン		5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
共重合体		1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
有機変性ペントナイト		1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
微粒子酸化亜鉛		5.0	10.0	15.0	20.0	25.0	30.0	40.0	50.0	60.0
トリメチルシロキシ珪酸		1.6	3.2	4.8	6.4	8.0	9.6	12.8	16.0	19.6
媒体ミルによる製造		○	○	○	○	○	○	○	△	×
製造直後		45	50	210	445	710	990	4350	12600	65100
4週間後		25	25	95	280	380	475	3860	10800	61400

い。一方、粉体の添加量が少ない場合には、安定性などに影響はほとんどないが、他の組成物に疎水化粉体を効率的に供給することを考慮すると、5～50重量％程度

にすることが好適である。

【 0 0 6 6 】

【 実施例 】 以下、本発明の実施例について説明する。なお、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

実施例 1 疎水化粉体分散体の調製

有機変性粘土鉱物 0.5 重量部、界面活性剤 0.5 重量部、シリコン油 5.4、8 重量部を媒体攪拌ミルで攪拌し、調製したゲルに、酸化チタン 2.3、7 重量部、トリメチルシロキシケイ酸 1.4、2 部、シリコン油 6.3 部を加え、さらに媒体攪拌ミルで分散することにより酸化チタン分散体を得た。

【 0 0 6 7 】 実施例 2 疎水化粉体分散体の調製

有機変性粘土鉱物 0.3 重量部、活性剤 0.3 重量部、シリコン油 3.4、7 重量部を媒体攪拌ミルで攪拌し調製したゲルに、酸化亜鉛 1.5、0 重量部、トリメチルシロキシケイ酸 9.0 重量部、シリコン油 4.0 重量部を添加し、さらに媒体攪拌ミルで分散することにより酸化亜鉛分散体を得た。

【 0 0 6 8 】 実施例 3 日焼け止め化粧料の調製

有機変性粘土鉱物 0.3 重量部、界面活性剤 0.3 重量部、シリコン油 3.4、7 重量部を媒体攪拌ミルで攪拌し調製したゲルに、酸化亜鉛 1.5、0 重量部、トリメチルシロキシケイ酸 9.0 重量部、シリコン油 4.0 重量部をさらに添加し、媒体攪拌ミルで分散した。この分散体に界面活性剤 1.0、5 重量部、オクチルメトキシシナメート 7.5 重量部を添加し再分散後、イオン交換水 1.9、7.5 重量部を添加し乳化し日焼け止め化粧料を得た。

【 0 0 6 9 】 実施例 4 ファンデーションの調製

有機変性粘土鉱物 1 重量部、界面活性剤 1 重量部、シリコン油 3.5 重量部を媒体攪拌ミルで攪拌し調製したゲルに、微粒子酸化チタン 5 重量部、色材 1.1、5 重量部、体質顔料 1.0 重量部、トリメチルシロキシケイ酸 4.5 重量部を添加し媒体攪拌ミルで分散した。これに界面活性剤 1 重量部、ナイロン粉末 3 重量部を添加し、再分散後、イオン交換水 2.0 重量部を添加し乳化することによりファンデーションを得た。

【 0 0 7 0 】 実施例 5 油中水型日焼け止め化粧料

(方法 ①) 油相部の揮発性シリコン、メチルポリシロキサン、有機変性粘土鉱物をバッチ式媒体攪拌ミル中のディスペーにて 5 分間分散後、微粒子酸化亜鉛、トリメチルシロキシケイ酸を添加してディスペーにて 5 分間分散後、媒体ミル部で 3.0 分間分散する。その後添加成分、水相部を添加しディスペーにて 5 分間分散後、5 分間媒体ミル部にて分散し乳化する。

(方法 ②) 油相部の揮発性シリコン、メチルポリシロキサン、有機変性粘土鉱物を予備攪拌槽が付属した連続式媒体攪拌ミルの予備攪拌槽中のディスペーにて 5 分間分散後、微粒子酸化亜鉛、トリメチルシロキシケイ酸を

添加しディスペーにて 5 分間分散後、媒体ミルで 5 回 Pass し分散する。その後添加成分、水相部を予備攪拌槽に添加しディスペーにて 5 分間分散後、媒体ミル部にて 1 Pass し分散、乳化する。

【 0 0 7 1 】 (油相部)

揮発性シリコン	3.0
メチルポリシロキサン	5
—	共重合体 0.3
有機変性ベントナイト	0.3
微粒子酸化亜鉛 (未処理品)	1.5
トリメチルシロキシケイ酸	4.5
(添加成分)	
シリコン樹脂粉末	3
オクチルメトキシシナメート	7.5
—	共重合体 1.2
イソステアリン酸	0.5
香料	適量
(水相部)	
保湿剤	5
防腐剤	適量
イオン交換水	to 100

【 0 0 7 2 】 実施例 6 油中水型乳化ファンデーション

(方法 ①) 油相部の揮発性シリコン、メチルポリシロキサン、有機変性粘土鉱物をバッチ式媒体攪拌ミル中のディスペーにて 5 分間分散後、微粒子酸化チタン、トリメチルシロキシケイ酸を添加してディスペーにて 5 分間分散後、媒体ミル部で 3.0 分間分散する。その後添加成分、水相部を添加しディスペーにて 5 分間分散後、1.0 分間媒体ミル部にて分散し乳化する。

(方法 ②) 油相部の揮発性シリコン、メチルポリシロキサン、有機変性粘土鉱物を予備攪拌槽が付属した連続式媒体攪拌ミルの予備攪拌槽中のディスペーにて 5 分間分散後、微粒子酸化チタン、トリメチルシロキシケイ酸を添加しディスペーにて 5 分間分散後、媒体ミルで 3 回 Pass し分散する。その後添加成分、水相部を予備攪拌槽に添加しディスペーにて 5 分間分散後、媒体ミル部にて 2 Pass し分散、乳化する。

【 0 0 7 3 】 (油相部)

揮発性シリコン	2.0
メチルポリシロキサン	1.5
—	共重合体 1
有機変性ベントナイト	1
微粒子酸化チタン (処理品)	5
トリメチルシロキシケイ酸	1.5
(添加成分)	
ナイロン粉末	3
シリコン処理タルク	1.0
シリコン処理酸化チタン	8
シリコン処理黄酸化鉄	2
シリコン処理赤酸化鉄	1

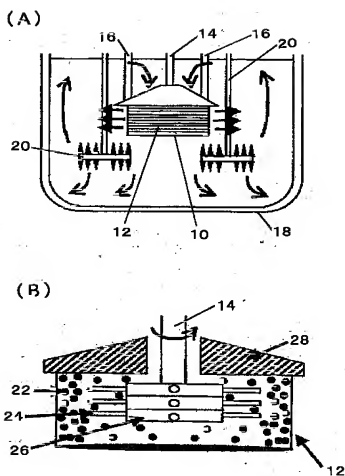
シリコン処理黒酸化鉄	0.5
— 共重合体	1.5
イソステアリン酸	0.5
(水相部)	
保湿剤	8
防腐剤	適量
イオン交換水	to 100
【0074】実施例7 油中水型乳化ファンデーション (方法①)油相部の揮発性シリコン、メチルポリシロキサン、有機変性粘土鉱物をバッチ式媒体攪拌ミル中のディスパーにて5分間分散後、微粒子酸化チタン、色材、体質顔料、トリメチルシロキシケイ酸を添加してディスパーにて5分間分散後、媒体ミル部で30分間分散する。その後添加成分、水相部を添加しディスパーにて5分間分散後、5分間媒体ミル部にて分散し乳化する。 (方法②)油相部の揮発性シリコン、メチルポリシロキサン、有機変性粘土鉱物を予備攪拌槽が付属した連続式媒体攪拌ミルの予備攪拌槽中のディスパーにて5分間分散後、微粒子酸化チタン、色材、体質顔料、トリメチルシロキシケイ酸を添加しディスパーにて5分間分散後、媒体ミルで3回Passして分散する。その後添加成分、水相部を予備攪拌槽に添加しディスパーにて5分間分散後、媒体ミル部にて2Passし分散、乳化する。	
【0075】(油相部)	
揮発性シリコン	20
メチルポリシロキサン	15
— 共重合体	1
有機変性ベントナイト	1
微粒子酸化チタン (処理品)	5
酸化チタン	8
黄酸化鉄	2
赤酸化鉄	1
黒酸化鉄	0.5
タルク	10
トリメチルシロキシケイ酸	4.5
(添加成分)	
ナイロン粉末	3
— 共重合体	1
(水相部)	
保湿剤	8
防腐剤	適量
イオン交換水	to 100
【0076】実施例8 油中水型乳化ファンデーション (方法①)油相部の揮発性シリコン、メチルポリシロキサン、微粒子酸化チタン、色材、体質顔料、トリメチルシロキシケイ酸をバッチ式媒体攪拌ミル中のディスパーにて5分間分散後、媒体ミル部で30分間分散する。その後添加成分、水相部を添加しディスパーにて5分間分散後、5分間媒体ミル部にて分散し乳化する。 (方法②)油相部の揮発性シリコン、メチルポリシロ	

キサン、微粒子酸化チタン、色材、体質顔料、トリメチルシロキシケイ酸を予備攪拌槽が付属した連続式媒体攪拌ミルの予備攪拌槽中のディスパーにて5分間分散後、媒体ミルで3回Passして分散する。その後添加成分、水相部を予備攪拌槽に添加しディスパーにて5分間分散後、媒体ミル部にて2Passし分散、乳化する。	
【0077】(油相部)	
揮発性シリコン	20
メチルポリシロキサン	15
微粒子酸化チタン (処理品)	5
有機変性ベントナイト	1
酸化チタン	8
黄酸化鉄	2
赤酸化鉄	1
黒酸化鉄	0.5
タルク	10
トリメチルシロキシケイ酸	4.5
(添加成分)	
ナイロン粉末	3
— 共重合体	2
酸	1
(水相部)	
保湿剤	8
防腐剤	適量
グルタミン酸ナトリウム	2
イオン交換水	to 100
【0078】	
【発明の効果】以上説明したように本発明にかかる分散体及び化粧料の製造方法によれば、有機変性粘土鉱物の膨潤媒体中で、高剪断力を付加して未疎水化粉体を粉体被覆剤により被覆させることにより、極めて安定性の高い疎水化粉体分散体、疎水化粉体配合化粧料を得ることができる。また、前記粉体を紫外線防御粉体とすることにより、その分散性向上を図り、紫外線防御能の改善することができる。	
【図面の簡単な説明】	
【図1】本発明の疎水化粉体分散体の製造方法に好適に用いられる媒体ミルの一例の説明図である。	
【図2】本発明の疎水化粉体を含む乳化化粧料の製造方法に好適に用いられる媒体攪拌ミルの一例の説明図である。	
【符号の説明】	
10	バスケット部 (媒体ミル部)
12	スリットからなる小孔
14	バスケット内攪拌装置
16	ロッド
18	タンク
20	予備混合用と分散液流動用とを兼ね備えたタンク内攪拌装置 (ディスパー)
22	固形分散媒体 (ビーズ)

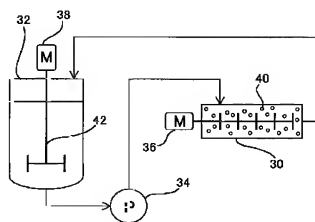
24 ピン
26 攪拌ピンディスク
28 ジャケット
30 媒体ミル部
32 予備攪拌槽

34 ポンプ
36 モーター
38 モーター
40 ビーズ
42 ディスパー

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁷ 識別記号

A 6 1 K 7/42

B 0 1 J 13/00

F I

A 6 1 K 7/42

B 0 1 J 13/00

(参考)

B

(72)発明者 大野 和久

神奈川県横浜市中区早渕2丁目2番1号
株式会社資生堂リサーチセンター(新横浜)内

Fターム(参考) 4C083 AB171 AB212 AB232 AB242
AB441 AB442 AC242 AC342
AC582 AD072 AD152 BB46
CC05 CC12 DD31 DD32 EE17
FF05
4G065 AA03 AA06 AB28Y BA07
BA15 BB01 BB03 CA11 DA02
EA01 EA03
4J037 AA27 EE03 EE28